

BUNDEREPUBLIK DEUTSCHLAND

24. 10. 2003

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17:1(a) OR (b)



REC'D 19 NOV 2003

WIPO

PCT

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 42 746.1

Anmeldetag: 13. September 2002

Anmelder/Inhaber: Degussa AG, Düsseldorf/DE;
Stockhausen GmbH & Co KG, Krefeld/DE.

Bezeichnung: Waschvorrichtung, ein Verfahren zur Aufreinigung
eines Waschguts sowie die Verwendung der
Waschvorrichtung

IPC: C 07 B, C 07 C, B 01 D

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 09. Oktober 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Scholz

**WASCHVORRICHTUNG, EIN VERFAHREN ZUR AUFREINIGUNG EINES
WASCHGUTS SOWIE DIE VERWENDUNG DER WASCHVORRICHTUNG**

5

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Waschvorrichtung, eine Reinigungsvorrichtung, eine Synthesevorrichtung, ein Verfahren zur Aufreinigung von einem Waschgut sowie die Verwendung einer Waschvorrichtung oder einer Reinigungsvorrichtung zur Aufreinigung und schließlich die Verwendung des durch die Aufreinigung erhaltenen Zielprodukts.

10

An die Reinheit von in der chemischen Industrie hergestellten Produkten werden immer höhere Anforderungen gestellt. Dieses gilt insbesondere für die sogenannten Feinchemikalien oder Pharmaerzeugnisse, die in vergleichsweise kleinen Mengen hergestellt werden. In jüngerer Zeit ist gleichfalls der Trend zu immer höheren Reinheitsanforderungen auch bei Chemikalien zu beobachten, die in sehr großen Mengen hergestellt werden. Bei diesen Substanzen handelt es sich meist um Ausgangsmaterialien, die in der weiteren Synthese von Massenpolymeren verwendet werden. In diesem Zusammenhang sind beispielsweise Acrylsäure, Methacrylsäure, Styrol, Acrylamit, Caprolactan, Naphthalin, Acrolein oder Phenol zu nennen. Die hohen Reinheitsanforderungen gelten insbesondere dann, wenn die aus diesen Ausgangssubstanzen hergestellten Produkte im medizinischen, Lebensmittel- oder Hygienebereich eingesetzt werden. Beispielhaft für die Anwendungen im medizinischen und Hygienebereich seien im wesentlichen auf teilweise neutralisierten vernetzten Polyacrylsäuren basierenden absorbierenden Polymere genannt, die sowohl im medizinischen als auch im Hygienebereich in Form von Wundauflagen bzw. von Windeln zur Absorption von wässrigen Körperflüssigkeiten eingesetzt werden. Im Lebensmittelbereich werden beispielsweise bei der Trinkwasseraufarbeitung Flockungsmittel eingesetzt, die auf Acrylsäure oder Acrylamit oder beiden basieren.

25

30

Ein anderer Grund für die Reinheitsanforderungen an Ausgangsstoffen für Polymerisationen ist, dass diese Polymerisationen wesentlich kontrollierter ablaufen, wenn die eingesetzten Monomere in hoher Reinheit vorliegen. Auf diese Weise können die Molekulargewichte und Molekulargewichtsverteilungen, die maßgeblich sind für die Eigenschaften der aus diesen Monomeren synthetisierten Polymere, besser gesteuert werden.

Ein weiterer Aspekt in dem im industriellen Maßstab hohe Reinheiten gefordert werden, ist das Gebiet der Abwasseraufarbeitung. Bedingt durch die Tatsache, dass organische Lösemittel zunehmend mehr durch Wasser- oder wässrige Lösemittel bei der Technischen Synthese ersetzt werden, führt dazu, dass Abwasser von Syntheseprozessen in immer größeren Mengen anfallen. Das Gebot des Umweltschutzes fordert jedoch, dass diese Abwässer möglichst vollständig von den Produkten und Nebenprodukten der entsprechenden Synthese, in denen das Wasser als Lösemittel eingesetzt wurde, befreit werden.

Auch im Lebensmittelbereich steigen die Anforderungen an die Reinheit der für den Verzehr bestimmten Produkte immer mehr. Dieses gilt insbesondere bei der Konzentratherstellung. Zudem ist hierzu der Bedarf an preiswerten und das Lebensmittel schonenden Konzentrationsverfahren hoch.

Gleichfalls werden aufgrund der technischen Weiterentwicklung von Heizungen, Strahltriebwerken und Verbrennungsmotoren zur Leistungs- und Abgasoptimierung der Einsatz immer reinerer Kraftstoffe notwendig.

Bei der Synthese einer chemischen Verbindung oder bei der Gewinnung einer Substanz aus natürlichen Vorkommen fällt diese gewünschte Substanz jedoch üblicherweise nicht als Reinprodukt an. Vielmehr entsteht bei der Synthese oder bei der Gewinnung einer Substanz aus natürliche Vorkommen ein Verbindungs-

gemisch, dessen Teil die gewünschte Substanz neben Verunreinigungen wie Lösemittel, Ausgangsprodukte und Nebenprodukte oder unerwünschte Isomere enthält. Zur Abtrennung der gewünschten Substanz von den Verunreinigungen werden im industriellen Maßstab häufig destillative Trennverfahren eingesetzt, die jedoch mit einem hohen Energieaufwand verbunden sind und im Fall von thermisch sensiblen und meist reaktiven Endprodukten zu einer Ausbeuteverminderung führen, da die gewünschten Produkte auf Grund der vergleichsweise drastischen thermischen Bedingungen sich weiter umsetzen.

10 Handelt es sich bei der gewünschten Substanz um eine kristallisierbare Verbindung, die nach dem Syntheseprozess in einem flüssigen Verbindungsgemisch vorliegt, so bietet sich die Schmelzkristallisation als ein möglichst schonendes Verfahren zur Reinigung der gewünschten Substanzen, d. h. zum Abtrennen der Substanz aus dem flüssigen Verbindungsgemisch, oftmals als „Feed“ bezeichnet, in dem weitere Nebenprodukte gelöst oder als Flüssigkeit vorliegen, an. Dabei wird
15 die gewünschte Verbindung als Feststoff aus der Flüssigkeit auskristallisiert, anschließend der kristalline Feststoff von der restlichen Flüssigkeit, die allgemein als Mutterlauge bezeichnet wird, getrennt und wieder aufgeschmolzen. Die Schmelze wird dann als gereinigtes Produkt abgeführt.

20 Aus dem Stand der Technik sind als übliche Verfahren zur Kristallisation die statische und dynamische Schichtkristallisation, bei der die zu isolierende Verbindung an feststehenden, gekühlten Flächen abgeschieden wird, oder die Suspensionskristallisation, die auf dem Wachstum von Kristallen in einer Suspension beruht, bekannt. Die Suspensionskristallisation weist dabei gegenüber der Schichtkristallisation den Vorteil auf, dass diese in einem kontinuierlichen Prozess durchgeführt werden kann. Außerdem ist die Reinheit der Kristalle auf Grund ihrer vergleichsweise langsamen Wachstumsgeschwindigkeit in aller Regel sehr
25 hoch. Gleichwohl kann trotz der langsamen Wachstumsgeschwindigkeit über die

Suspensionskristallisation ein hoher Produktdurchsatz kontinuierlich erzielt werden, da der Kristallisation in Lösung eine vergleichsweise große Fläche –nämlich in die gesamte Kristalloberfläche - für das Kristallwachstum zur Verfügung steht. Folglich stellt die Suspensionskristallisation ein sehr wirksames und kostengünstiges Verfahren zur Erzielung hoher Reinheiten bei einem Zielprodukt da.

Auf Grund des gegenüber der Schichtkristallisation vergleichsweise langsamen Wachstums der Kristalle werden die in der Flüssigkeit befindlichen Verunreinigungen weitestgehend aus dem Kristallgitter verdrängt und in der Mutterlauge zurückbleiben. Bereits in einem einstufigen Kristallisationsprozess werden in der Regel hochreine Kristalle der gewünschten Verbindung erhalten.

Ein weiterer, für die Reinheit des Endproduktes wichtiger Schritt ist die Abtrennung der von der in der Suspension befindlichen Kristalle von den anderen flüssigen Bestandteilen der Suspension, die meist Verunreinigungen und die nicht kristallisierten Anteile des zu reinigenden Gemisches enthalten. Diese Abtrennung erfolgt meist durch einen Fest/Flüssig-Trennprozess. Dieser Trennprozess kann ein oder mehrstufig ablaufen, wobei zumindest in der letzten Stufe üblicherweise eine sogenannte Waschkolonne als Waschvorrichtung verwendet wird. In einer derartigen Waschvorrichtung wird eine in einem Kristallisator erzeugte Kristallsuspension eingeleitet und die Kristallsuspension unter Ausbildung eines Kristallbetts verdichtet. Eine Waschflüssigkeit, vorzugsweise die Schmelze aus den aufgeschmolzenen Kristallen selbst, wird im Gegenstrom durch dieses Kristallbett geleitet.

Zur Ausbildung dieses kompakten Kristallbetts werden unterschiedliche Methoden eingesetzt. So beschreibt US Re. 24,038 eine gravimetrisch arbeitende Waschkolonne, der eine Kristallsuspension in einem oberen Bereich der Waschkolonne eingeführt wird und das Kristallbett sich auf Grund eines Sedimentati-

onsprozesses ausbildet. Bei derartigen Kolonnen besteht jedoch die Gefahr, dass sich im Laufe des Sedimentationsprozesses vertikale Kanäle ausbilden, in denen eine Rückvermischung der Mutterlauge oder der Kristallsuspension mit der Waschflüssigkeit auftritt.

5

Wie DE OS 1947251 zu entnehmen ist, wurden die gravimetrisch arbeitenden Waschkolonnen zumindest auf einen Teil ihrer Höhe mit einem Rührwerk ausgestattet, dass die Ausbildung von vertikalen Flüssigkeitskanälen im Kristallbett verhindert. Derartige Rührwerke sind jedoch mit dem Nachteil verbunden, dass auf Grund der Rührbewegung eine Verwirbelung des Kristallbetts auftritt, die sich nachteilhaft auf die Trennleistung der Wascheinrichtung auswirkt.

10

Derartige Rührwerke sind bei hydraulischen oder mechanischen Waschkolonnen nicht erforderlich. So offenbart EP 0 920 894 A1 eine hydraulische Waschkolonne, bei der die Suspension unter Druck in ein druckdichtes Gehäuse befördert wird und sich durch den Förderdruck ein kompaktiertes Kristallbett ausbildet. Der Druck wird in EP 0 920 894 A1 durch einen semipermeablen Stempel erzeugt, der für die flüssige Phase der Kristallsuspension durchlässig ist. In DE OS 28 00 540 wird ein rotierendes Förderelement, das schneckenartig ausgebildet ist, als Maßnahme zur Kompaktierung der Kristalle zur Ausbildung des Kristallbetts eingesetzt.

15

20

Um die in dem Kristallbett verdichteten Kristalle wieder zu vereinzeln, um sie dem Bereich zuzuführen, in dem die Kristalle aufgeschmolzen werden, schlägt DE 100 39 025 A1 eine der Aufbaufront gegenüberliegend angeordnetes rotierendes Abtragwerkzeug vor, bei dem es sich in der Regel um ein Rotormesser oder einen Schaber handelt.

25

Bei diesen vorbeschriebenen beweglichen Maßnahmen zur Förderung bzw. Verdichtung der Kristalle zu einem Kristallbett und zur Abtrennung der Kristalle ist gemein, dass diese zu Inhomogenitäten in dem Kristallbett führen. Neben den signifikanten Kosten, die mit dem Einbau dieser beweglichen Teile in die Waschkolonnen anfallen, ist ein erheblicher Wartungsaufwand erforderlich. Die Wartung der beweglichen Teile in der Waschkolonne führt regelmäßig dazu, dass der Betrieb der Waschkolonne eingestellt, diese Teile ausgebaut, gereinigt, ausgetauscht oder ersetzt werden müssen. Ein weiterer Nachteil stellen bewegliche Teile in der Waschkolonne insbesondere bei der Aufreinigung von reaktiven Substanzen dar. So tritt beispielsweise bei der Aufreinigung von Acrylsäure im Bereich der Dichtungen der Wellen der beweglichen Teile oftmals eine unerwünschte spontane Polymerisation auf, die dazu führt, dass der Betrieb der Waschkolonne eingestellt, die entstandenen Polymere entfernt und das bewegliche Teil ausgebaut, repariert oder ersetzt werden muss.

Allgemein liegt dieser Erfindung somit die Aufgabe zu Grunde, die sich aus dem Stand der Technik ergebenden Nachteile abzumildern oder zu überwinden.

Insbesondere liegt eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, eine Waschanlage zur Verfügung zu stellen, die bei geeigneter Trennleistung möglichst kostengünstig und einfach herstellbar ist.

Ferner liegt eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, eine Waschkolonne zu schaffen, die vergleichsweise lange Standzeiten hat, die insbesondere nicht durch zu häufige Reparaturarbeiten bedingte Ausfälle unterbrochen werden.

Zudem besteht eine erfindungsgemäße Aufgabe darin, ein Verfahren zur Aufreinigung eines Waschguts zur Verfügung zu stellen, das neben einer angemessenen

Trennleistung einen möglichst kontinuierlichen und unterbrechungsfreien Betrieb gestattet und damit für den großtechnischen Einsatz besonders gut geeignet ist.

Die vorstehenden Aufgaben werden zum einen durch den Gegenstand der nachfolgenden Hauptansprüche und sich aus den Unteransprüchen ergebenden Unterkombinationen gelöst.

Weiterhin werden die vorstehenden Aufgaben gelöst durch eine Waschanlage, aufweisend

- 10 - einen Ersten Bereich, dem ein Waschgut zugeführt wird,
- einen Zweiten Bereich, in dem das Waschgut gewaschen wird,
 und
- einen Dritten Bereich, in dem das Waschgut aufgeschmolzen
 wird, sowie
- 15 - einen Strömungswiderstand, der zwischen dem Zweiten Be-
 reich und dem Dritten Bereich vorgesehen ist.

In einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Waschanlage ist es bevorzugt, dass der Strömungswiderstand um eine zentrale Längsachse des Zweiten Bereichs drehfest vorgesehen ist. Es ist darüber hinaus bevorzugt, dass der Strömungswiderstand ortsfest zwischen dem Zweiten Bereich und dem Dritten Bereich vorgesehen ist. Besonders bevorzugt ist es, wenn der Strömungswiderstand ortsfest zwischen dem Zweiten Bereich und dem Dritten Bereich fest mit diesen Bereichen verbunden ist.

25 Erfindungsgemäß ist als Waschgut eine Kristallsuspension bevorzugt. Eine derartige Kristallsuspension besteht zum einen aus Kristallen und zum anderen aus einer flüssigen Phase. Es ist bevorzugt, dass die Kristalle zumindest 50 Gew.-%,

vorzugsweise mindestens 75 Gew.-%, weiterhin bevorzugt mindestens 95 Gew.-% und besonders bevorzugt mindestens 99 Gew.-% sowie darüber hinaus bevorzugt mindestens 99,9 Gew.-% aus nur einem Zielprodukt bestehen. Grundsätzlich kann die erfindungsgemäße Waschvorrichtung zur Aufkonzentration und zur Fest/Flüssig-Trennung eingesetzt werden. Hierbei kann das Zielprodukt einerseits die bei der Fest/Flüssig-Trennung anfallende Flüssigkeit oder andererseits ein bei der Aufkonzentration anfallender kristallisierbare Feststoff sein. Allgemein können Zielprodukte Lebensmittel, Monomere, Treibstoffe, Lösemittel; oder zur Wasser der Abwasseraufarbeitung; oder Isomere, Diastereomere oder Enantiomere sein.

Als Lebensmittel sind Getränke bevorzugt. Als Monomere sind Acrylsäure, Methacrylsäure, Styrol, Methylmethacrylat, Butylacrylat, Benzoesäure, Bisphenol A, Caprolactam, Fettsäuren, Monochloressigsäure, Methylidiisocyanat, Toluylendiisocyanat, Naphthalin, Paraffin, p-, o- oder m-Dichlorbenzol, p-Xylol, Phthalid oder jeweils deren Derivate oder jeweils deren Salze bevorzugt. Als Treibstoffe sind Hydrazin oder Diesel bevorzugt.

Monomere Zielprodukte sind vorzugsweise mindestens eine Doppelbindung aufweisende organische Verbindungen mit zwei bis 20 Kohlenstoffen oder Wasser. Als mindestens eine Doppelbindung aufweisende organische Verbindungen mit zwei bis 20 Kohlenstoffe sind Styrol, α -Methylstyrol, Acrylsäure, Methacrylsäure, Methylmethacrylat und Butylacrylat zu nennen, wobei Acrylsäure, Methacrylsäure, Methylmethacrylat bevorzugt und Acrylsäure besonders bevorzugt sind. Für den Fall, dass es sich bei der die Kristalle bildenden Zielprodukt um Wasser handelt, wird besonders bevorzugt Wasser eingesetzt, dass bei organischen Synthesen als Lösemittel anfällt und von den Haupt- und Nebenprodukten dieser organischen Synthesen abzutrennen ist. In diesem Zusammenhang kommen insbesondere Syn-

thesen von mindestens eine Doppelbindung aufweisende organische Verbindungen, vorzugsweise Acrylsäure, Methacrylsäure, Acrolein oder Methacrylat, zu nennen, wobei die Synthesen von Acrolein oder Acrylsäure besonders bevorzugt sind.

5

Wenn das Waschgut als Gemisch einer festen und einer flüssigen Phase wie im Beispiel der Kristallsuspension vorliegt, ist es bevorzugt, dass die durch die Kristalle gebildete feste Phase einen Anteil im Bereich von 10 bis 80 Gew.-%, bevorzugt 15 bis 60 Gew.-% und darüber hinaus bevorzugt 20 bis 40 Gew.-%, jeweils
10 bezogen auf das gesamte Waschgut bzw. auf die gesamte Kristallsuspension, besitzt. Weiterhin weist das Waschgut eine flüssige Phase auf. Im oberen Teil des Zweiten Bereichs weist diese flüssige Phase vornehmlich eine aus den aufgeschmolzenen Kristallen stammende Waschflüssigkeit auf. Im untern Teil des Zweiten Bereichs, vorzugsweise im Bereich der Fest/Flüssig-Trennvorrichtung,
15 überwiegt in der flüssigen Phase die aus der Kristallbildung in einem Kristallzeuger stammende Mutterlauge, die über die Fest/Flüssig-Trennvorrichtung abgeleitet werden kann.

Weiterhin ist es bevorzugt, dass das Waschgut, vorzugsweise die Kristallsuspension eine Viskosität von < 250 mPas, vorzugsweise < 100 mPas und besonders
20 bevorzugt < 50 mPas, bestimmt nach DIN 53019 ISO/ISO 3219.

Wenn das Waschgut als Kristallsuspension vorliegt, ist es bevorzugt, dass die Kristalle einen mittleren Durchmesser von höchstens 1500 µm, vorzugsweise im
25 Bereich von 50 bis 1000 µm, weiterhin bevorzugt im Bereich von 75 bis 500 µm und darüber hinaus bevorzugt im Bereich von 100 bis 250 µm aufweisen. Der mittlere Durchmesser wird anhand von 500 zufällig ausgewählten Kristallen der Kristallsuspension bestimmt. Die Größe eines Kristalls ist der Durchschnitt der größten Länge eines Kristalls und der zu der größten Länge rechthöckig in deren

Mitte gemessene Durchmesser des einzelnen Kristalls. Zur Bestimmung von Länge und Durchmesser wird Bildanalysesystem, bestehend aus einem Lichtmikroskop mit einer angeschlossenen CCD-Kamera und einer PC-Auswerteeinheit eingesetzt, wobei ein PC-Programm der Firma Soft Imaging Systems (SIS, V3.1) eingesetzt wird.

Weiterhin ist es bevorzugt, dass in der erfindungsgemäßen Waschanlage mindestens im Zweiten Bereich ein Druck im Bereich von 0,1 bis 30 bar, vorzugsweise 0,5 bis 10 bar und besonders bevorzugt 1,5 bis 7 bar erreicht werden kann.

So liegt beispielsweise bei einer Acrylsäure beinhaltenen Kristallsuspension die Konzentration der Acrylsäure in den Kristallen bei mindestens 90 Gew.-%, vorzugsweise mindestens 95 Gew.-% und besonders bevorzugt mindestens 98 Gew.-% sowie weiterhin bevorzugt bei mindestens 99 Gew.-%, jeweils bezogen auf die Kristalle.

Besonders bevorzugt ist die Konzentration des aufgeschmolzenen Zielprodukts in der flüssigen Phase in dem Bereich des Strömungswiderstands im Vergleich zu von dem Strömungswiderstand entfernteren Bereichen des Zweiten Bereichs höher.

Bei der Aufarbeitung von Abwässern aus der Acrylsäure- oder Acrolein-Synthese, vorzugsweise aus der Acrolein-Synthese, bestehen die die Kristallsuspension bildenden Wasserkristalle zumindest 90 Gew.-%, vorzugsweise mindestens 99 Gew.-% und besonders bevorzugt mindestens 99,9 Gew.-%, jeweils bezogen auf die Kristalle, aus Wasser.

In der erfindungsgemäßen Waschvorrichtung ist es bevorzugt, dass der erste Bereich, dem ein Waschgut zugeführt wird, als Öffnung ausgebildet ist, an der sich vorzugsweise eine röhrenartige Leitung anschließt mit der mindestens ein Waschgutfördermittel verbunden ist, dass vorzugsweise außerhalb der Waschvorrichtung
5 liegt. Vorteilhafterweise werden mehrerer Fördervorrichtungen für das Waschgut redundant eingesetzt. Dieses empfiehlt sich insbesondere dann, wenn das Waschgut reaktive Verbindungen beinhaltet. Auf diese Weise kann der Betrieb der erfindungsgemäßen Waschvorrichtung fortgesetzt werden, wenn eine der mehreren Fördervorrichtungen beispielsweise durch eine ungewollte spontane Polymerisation dieser reaktiven Verbindungen, ausfällt. Die Reparatur der ausgefallenen Fördervorrichtung kann einfach und bequem erfolgen, da diese Fördervorrichtung
10 sich außerhalb der Waschvorrichtung befindet.

Als Fördervorrichtungen für die erfindungsgemäße Waschvorrichtung kommen
15 alle dem Fachmann geeigneten Fördervorrichtungen in Betracht. Insbesondere sind Fördervorrichtungen bevorzugt, die das Waschgut möglichst gering mechanisch belasten, hierbei ist insbesondere eine geringe Scherung des Waschguts vorteilhaft. Zudem sollten die Fördereinrichtungen durch einen möglichst pulsationarmen Betrieb zu möglichst wenig Störungen des Kristallbetts führen. Vor diesem Hintergrund sind die kontinuierlich arbeitenden Schneckenförderpumpen und
20 Drehkolbenpumpen, Kreiselpumpen, vorzugsweise mit möglichst großem Spaltabstand, vorzugsweise das mindestens 2-fache des mittleren Kristalldurchmessers, oder Mehrkolbenmembranpumpen gegenüber diskontinuierlich arbeitenden Hubkolbenpumpen bevorzugt, wobei Schneckenförderpumpen besonders bevorzugt
25 sind.

Der Zweite Bereich der erfindungsgemäßen Waschvorrichtung, in dem das Waschgut gewaschen wird ist allgemein so ausgebildet und ausgestaltet, dass das

Waschgut sich in diesem Bereich möglichst frei von Inhomogenitäten mit möglichst laminarer Strömung bewegen kann.

Es ist bevorzugt, dass sich beim Betrieb der Erfindungsgemäßen Waschan-
5 tzung keine Aufbaufront in dem gesamten Zweiten Bereich befindet. Die Aufbau-
front bezeichnet somit den Übergang von der Suspension zum Kristallbett und ist
durch einen relativ abrupten Anstieg des Kristallgehalts in der Suspension ge-
kennzeichnet. Darüber hinaus ist es bevorzugt, dass bei dem Betrieb der erfin-
dungsgemäßen Waschanlage die Aufbaufront sich in dem Ersten Bereich,
10 vorzugsweise oberhalb der fördernden Teile der Fördervorrichtung, befindet.

Weiterhin ist es bevorzugt, dass bei einem röhrenförmig ausgestalteten Zweiten
Bereich die Länge der Röhre um höchstens das 10-fache, bevorzugt höchsten 5-
fache und besonders bevorzugt höchsten 1-fache größer ist als der Querschnitt der
15 in dem Zweiten Bereich eingesetzten Röhre.

Der dritte Bereich der erfindungsgemäßen Waschanlage, in dem das Wasch-
gut aufgeschmolzen wird, ist vorzugsweise so ausgestaltet, dass sich keine Berei-
che deutlicher Überhitzung bilden, durch die ungewollte Reaktionen von im
20 Waschgut enthaltenen reaktiven Verbindungen erfolgen können. Genauso wie
der Zweite Bereich ist auch der Dritte Bereich der erfindungsgemäßen Vorrich-
tung vorzugsweise röhrenförmig ausgebildet. Bei einer Ausführungsform des
Dritten Bereichs befinden sich Heizelemente an der Wand des Dritten Bereichs.
Gemäß einer anderen Ausführungsform des Dritten Bereichs befinden sich Heiz-
25 elemente innerhalb des Dritten Bereichs. Ferner sind Kombinationen dieser bei-
den Ausführungsformen möglich. Gemäß einer anderen Ausführungsform der
erfindungsgemäßen Waschkolonne befindet sich ein Aufschmelzewärmetauscher
alleine oder zusätzlich außerhalb des Dritten Bereichs. In diesem Fall wird die
Erwärmung des Dritten Bereichs durch die Rückführung aufgeschmolzenen Ziel-

produkts erreicht. Dieser aus dem Dritten Bereich ausgelagerte Aufschmelzewärmetauscher ist bei besonders empfindlichen Substanzen bevorzugt, wobei die Oberflächentemperatur der Wärmeübertragungsflächen des Aufschmelzewärmetauschers vorzugsweise maximal 5°C; vorzugsweise maximal 3°C und besonders
5 bevorzugt maximal 1,5°C über dem Schmelzpunkt des Zielproduktes liegt.

Der Strömungswiderstand ist so ausgebildet und ausgestaltet, dass dieser zunächst die in dem Waschgut beinhaltenen festen Bestandteile, vorzugsweise die Kristalle einer Suspension, verdichtet, ohne dass diese den Grund der Verdichtung im
10 Strömungswiderstand verstopfen. Damit ist es nicht notwendig, einen beweglichen Schaber oder Kratzer einzusetzen, der die kompaktierten Feststoffe des Waschguts zum Eintritt in den Dritten Bereich vereinzeln muss. Diese Vereinzelung erfolgt erfindungsgemäß durch den Strömungswiderstand.

15 Gemäß einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Waschvorrichtung ist es bevorzugt, dass der Strömungswiderstand einen durch eine relative freie Querschnittsfläche im Bereich von >0 bis <100 %, vorzugsweise im Bereich von 20 bis 80 % und besonders bevorzugt im Bereich von 40 bis 60 % bezogen auf die Gesamtfläche des Strömungswiderstands, gekennzeichnet ist.

20 Weiterhin ist es bevorzugt, dass die Öffnungen einen Querschnitt im Bereich von 1 bis 50 mm, vorzugsweise im Bereich von 5 bis 25 mm und besonders bevorzugt im Bereich von 10 bis 20 mm aufweisen.

25 Es ist bevorzugt, dass in der erfindungsgemäßen Waschvorrichtung der Querschnitt der mindestens einen Öffnung variierbar ist.

Weiterhin ist es bevorzugt, dass die Wandungen der Öffnungen mit einer Flüssigkeit zur Verbesserung der Durchleitbarkeit des Waschguts benetzbar sind. Der auf

den Wandungen der Öffnung wird hierzu ein Film ausgebildet. Dieser besteht vorzugsweise vornehmlich aus aufgeschmolzenem Zielprodukt, das über eine in dem Strömungswiderstand vorgesehene Heizvorrichtung aufgeschmolzen wird.

- 5 Diese Maßnahmen erlauben beispielsweise Druckschwankungen in dem Waschgut, insbesondere in dem Kristallbett, auszugleichen und dem Entstehen von Verstopfungen vorzubeugen.

- 10 Gemäß einer Ausführungsform sind diese Öffnungen mit einer verstellbaren Blende ausgestattet. Gemäß einer anderen Ausführungsform wird die Variierbarkeit des Querschnitts der Öffnung dadurch bewerkstelligt, in dem der Strömungswiderstand aus einer Öffnungen aufweisenden ersten Platte und einer weiteren drehbar zu der ersten Platte angeordneten, ebenfalls Öffnungen aufweisenden zweiten Platte besteht.

- 15 Gemäß einer weiteren Ausführungsform kann die mindestens eine Öffnung des Strömungswiderstands durch Streben eines Gitters gebildet werden. Die Stärke des Strömungswiderstands kann dadurch variiert werden, in dem mindestens zwei dieser Gitter beweglich zueinander angeordnet werden und durch gegeneinander
20 Verschieben die in den Gittern ausgebildeten Öffnungen mehr oder weniger stark durch Streben des jeweils anderen Gitters überlagert werden.

- Weiterhin kann es in der erfindungsgemäßen Waschvorrichtung bevorzugt sein, dass die flüssige Phase des Waschguts, beispielsweise aufgeschmolzene Kristalle,
25 in einer das Waschgut bildenden Kristallsuspension aus der mindestens einen Bohrung des Strömungswiderstands austreten kann. Mit dieser Maßnahme kann dem Verstopfen der in dem Strömungswiderstand vorgesehenen Öffnungen vorgebeugt werden und die Trennleistung der Waschkolonne erhöht werden. Diese Bohrungen sind vorzugsweise kleiner als der mittlere Kristalldurchmesser.

Ferner ist es in einer Ausführungsform der erfindungsgemäßen Waschvorrichtung bevorzugt, dass ein dem Zweiten Bereich zugewandter A-Querschnitt der Öffnung um 10 größer ist, als der dem Dritten Bereich zugewandte B-Querschnitt. Vorzugsweise sind die Öffnungen konisch ausgebildet. Auch diese Maßnahme beugt
5 der Verstopfung der Öffnungen und damit des Strömungswiderstandes vor. Außerdem erleichtert diese Maßnahme den Aufbau eines möglichst gleichmäßigen Kristallbetts. Hierbei ist es besonders bevorzugt, dass die dem Zweiten Bereich zugewandte Fläche des Strömungswiderstands konvexe Vertiefungen aufweist,
10 von denen die Öffnungen ausgehen.

Es ist weiterhin bevorzugt, dass die erfindungsgemäße Waschvorrichtung zwischen dem Ersten Bereich und dem Zweiten Bereich eine Fest/Flüssig-Trennvorrichtung, vorzugsweise ein Filter, mit einer Filtratableitung vorgesehen
15 ist. Weiterhin ist es bevorzugt, dass die Konzentration des Zielprodukts in der Filtratableitung gleich, vorzugsweise geringer ist, als die Konzentration des Zielprodukts in der Flüssigen Phase im Ersten Bereich. Zudem ist es bevorzugt, dass die Konzentration des Zielprodukts im Dritten Bereich größer als im Zweiten Bereich ist.

20 Als geeignete Filter können diejenigen Filtermaterialien eingesetzt werden, die eine Porengröße aufweisen, die kleiner ist als die mittlere Teilchengröße der in dem Waschgut beinhaltenen festen Bestandteile. Es ist bevorzugt, dass die mittlere Porengröße der Filtermaterialien im Bereich von 10 bis 1000 µm, vorzugsweise
25 im Bereich von 50 bis 800 µm und besonders bevorzugt im Bereich von 100 bis 500 µm liegen.

Insofern ist es in der erfindungsgemäßen Waschvorrichtung bevorzugt, dass der Filter in einer an den Zweiten Bereich sich anschließenden Wandung ausgebildet

ist. Zudem ist es bevorzugt, dass die Wandung, in der der Filter ausgebildet ist, mit einem Winkel α im Bereich von >0 und $<90^\circ$, bevorzugt von 15 bis 60° und besonders bevorzugt von 10 bis 30° bezogen auf die durch die Strömungsrichtung des die Waschvorrichtung durchströmenden Waschguts gebildeten Achse in der
5 Waschvorrichtung angeordnet ist.

Zudem ist es bevorzugt, dass zumindest der Zweite Bereich der erfindungsgemäßen Waschvorrichtung, vorzugsweise der Filter, temperierbar ist.

10 Weiterhin betrifft die Erfindung eine Reinigungsvorrichtung, aufweisend einen mit dem Ersten Bereich der vorstehend definierten Waschvorrichtung kristalleitend verbundenen Kristallerzeuger. Als Kristallerzeuger kommen grundsätzlich alle dem Fachmann zur Erzeugung einer Kristallsuspension geeigneten Vorrichtung in Betracht. In diesem Zusammenhang werden beispielhaft Kühleis-
15 benkristaller genannt.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Reinigungsvorrichtung kann zwischen dem Kristallerzeuger und der Waschvorrichtung ein Verweilzeitbehälter beispielsweise zur Reifung oder zur Homogenisierung der
20 Kristallsuspension vorgesehen sein.

Gemäß einer anderen Ausführungsform der erfindungsgemäßen Reinigungsvorrichtung sieht eine zumindest teilweise Rückführung der über den Filter abgetrennten Mutterlauge in die Kristallsuspension vor. Dieses kann vor oder nach,
25 vorzugsweise nach der Fördervorrichtung und besonders bevorzugt zwischen Fördervorrichtung und Fest/Flüssig-Trennung erfolgen.

Gemäß einer weiteren Ausführungsform der erfindungsgemäßen Reinigungsvorrichtung weist diese eine zumindest teilweise Rückführung des im Dritten Bereich aufgeschmolzenen Reinprodukts in den Dritte Bereich vor.

- 5 Zudem weist eine andere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Reinigungsvorrichtung eine zumindest teilweise Rückführung des in dem Dritten Bereich aufgeschmolzenen Reinprodukts in den Strömungswiderstand vor.

- 10 Ferner weist eine weitere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Reinigungsvorrichtung eine zumindest teilweise Rückführung des in dem Dritten Bereich aufgeschmolzenen Reinprodukts in den Dritten Bereich auf, wobei eine Verwirbelung der in dem Dritten Bereich vorhandenen Kristalle erzeugt wird.

- 15 Die in der Reinigungsvorrichtung vorgesehenen Hauptströme, Rückführungen sowie die Variierung der Öffnungen des Strömungswidersands lassen sich anhand mittels eines, vorzugsweise einstückigen, Multithermofühlers oder Multiwiderstandsthermometer an mindestens einer Stelle gewonnener Daten steuern. Vorzugsweise ist der Multithermofühler im zentralen Bereich des, vorzugsweise rotationssymmetrischen, Kristallbetts angeordnet. Diese Steuerung dient dem Zweck
- 20 einen möglichst gleichmäßigen Waschgutfluss und eine möglichst hohe Trennleistung zu erzielen. Dieses erfolgt insbesondere durch die über die Temperaturmessung gesteuerten Hauptströme und Rückführungen, über die die Position der Waschfront festgelegt werden kann. Einzelheiten hierzu ergeben sich aus DE 100 39 025 A1, DE 100 36 880 A1 und aus DE 100 36 881, deren Inhalt somit einen
- 25 Teil dieser Offenbarung bildet. Die durch mehrere Messsonden hervorgerufenen Inhomogenitäten des Kristallbetts werden hierdurch bei Gewährleistung der Steuerung der Position der Waschfront vermieden.

Ferner ist es erfindungsgemäß bevorzugt, dass mindestens zwei erfindungsgemäße Reinigungsvorrichtungen in Serie oder parallel zu einander verschaltet sein können. Die Art der Verschaltung und die Zahl der in einer Verschaltung verwendeten Reinigungsvorrichtungen oder Waschvorrichtungen richtet sich nach den
5 Reinheitsanforderungen und dem Aufreinigungspotential des Zielprodukts.

Darüber hinaus betrifft die vorliegende Erfindung eine Synthesevorrichtung, aufweisend einen Syntheseeinrichtung, vorzugsweise einen Reaktor, und eine zuvor definierte Reinigungsvorrichtung. Im Zusammenhang mit der Synthese von Acrylsäure und Methacrylsäure und den bevorzugten Kombinationen von Kristall-
10 zeugern und Waschvorrichtungen wird auf die Ausführungen in WO 02/055469 verwiesen, die somit einen Teil der Offenbarung dieser Schrift bildet.

Ferner betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Aufreinigung von einem Wasch-
15 gut, wobei das Waschgut über den Ersten Bereich einer zuvor definierten Waschanlage zugeführt wird.

In einer bevorzugten Ausführungsform der des erfindungsgemäßen Verfahrens beinhaltet das Waschgut mindestens 20 Gew.-%, bevorzugt mindestens 50 Gew.-%
20 % und besonders bevorzugt mindestens 85 Gew.-% des Zielproduktes, vorzugsweise Acrylsäure.

Zudem betrifft die Erfindung die Verwendung des nach einem erfindungsgemäßen Verfahrens erhältliche Zielprodukt bei der Herstellung von Lebensmitteln,
25 Polymeren, Treibstoffen, Schmiermitteln, Reinigungsmitteln, Farbstoffen oder Arzneimitteln.

Schließlich betrifft die Erfindung die Verwendung einer erfindungsgemäßen Waschvorrichtung oder einer erfindungsgemäßen Reinigungsvorrichtung zur Aufreinigung von Zielprodukten wie Lebensmittel, Monomere, Treibstoffe, Lösemittel; oder zur Abwasseraufarbeitung; oder zur Isomerentrennung.

5

Als Lebensmittel sind Getränke bevorzugt. Als Monomere sind Acrylsäure, Methacrylsäure, Styrol, Methylmethacrylat, Butylacrylat, Benzoesäure, Bisphenol A, Caprolactam, Fettsäuren, Monochloressigsäure, Methyldiisocyanat, Toluylendiisocyanat, Naphthalin, Paraffin, p-, o- oder m-Dichlorbenzol, p-Xylol, Phthalid oder
10 jeweils deren Derivate oder jeweils deren Salze bevorzugt. Als Treibstoffe sind Hydrazin oder Diesel bevorzugt.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand nicht limitierender Figuren näher erläutert:

15

KURZBESCHREIBUNG DER FIGUREN:

Figur 1 zeigt den Querschnitt durch eine schematische Darstellung einer erfindungsgemäßen Waschvorrichtung.
20

Figur 2 zeigt den schematischen Aufbau einer erfindungsgemäßen Reinigungsvorrichtung.

25

Figur 3 zeigt eine schematische Querschnittsdarstellung eines als Prallplatte ausgebildeten erfindungsgemäßen Strömungswiderstands.

Figur 4 zeigt eine schematische Darstellung eines Gitters als erfindungsgemäßen Strömungswiderstand in Form eines Querschnitts und einer teilweisen Aufsicht.

Figur 5 zeigt eine schematische Zeichnung einer Prallplatte mit verstellbaren Öffnungsquerschnitten als erfindungsgemäßen Strömungswiderstand als Querschnitt und einer teilweisen Aufsicht.

Fig. 6 zeigt einen Strömungswiderstand 6 in Aufsicht.

Fig. 7 zeigt eine schematische Zeichnung des Prallplattequerschnitt entlang der Achse I/I' der Darstellung in Fig. 6.

Figur 1 zeigt eine Waschvorrichtung bestehend aus einem Ersten Bereich 1, einem Zweiten Bereich 2 und einem Dritten Bereich 3. Zwischen dem das Waschgut 4 beinhaltenen Zweiten Bereich 2 und dem Dritten Bereich 3 ist ein Strömungswiderstand 6 fest vorgesehen. Dieser Strömungswiderstand ist als Prallplatte mit Öffnungen 10 ausgestaltet. Weiterhin weist der Strömungswiderstand Produktstromrückführungen 26 auf, mit denen das aufgeschmolzene Zielprodukt in den Strömungswiderstand 6 eingeleitet wird und aus den Öffnungen 10 austreten kann. Weiterhin weist der Strömungswiderstand eine Bohrung 31 zur Aufnahme eines Multithermofühlers 29 mit verschiedenen Messstellen 30 auf. Der Zweite Bereich 2 bildet eine Waschkolonne 53 aus. Die Waschkolonne 53 ist vorzugsweise als rotationssymmetrische Röhre ausgestaltet, die genauso wie der Zweite Bereich 2 durch eine zentrale Längsachse 5 des Zweiten Bereichs 2 durchlaufen wird. Die Wandungen der Waschkolonne 53 weisen eine möglichst glatte Oberfläche auf. Die Waschkolonne 53 beinhaltet das Kristallbett 32, das die Waschkolonne 53 in Richtung des geraden Pfeils durchströmt. Entgegen der Strömungsrichtung des Kristallbetts 32 wird dieses durch eine Waschflüssigkeit 33 entsprechend der Richtung des geschlängelten Pfeils durchströmt. Zwischen dem Ersten

Bereich 1 und dem Zweiten Bereich 2 ist ein Filter 7 angeordnet, der über eine Filterableitung 8 verfügt. Eine Wandung 9 des Filters 8 schließt sich an die Wandung der Waschkolonne 53 an. Die dem Waschgut 4 zugewandte Wandung des Filters 7 ist als konisches Lochblech mit Sieb ausgestaltet, wobei die Wandung
5 des Filters 7 in einem Winkel α von >0 bis $<90^\circ$ zu der zentralen Längsachse des Zweiten Bereichs 5 angeordnet ist. Somit ist die Waschkolonne 53 an einem Ende durch den Strömungswiderstand 6 und an dem anderen Ende bis auf die für den Ersten Bereich bleibende Öffnung für eine Waschgutzuführung 52 durch den Filter 7 abgeschlossen. Der Erste Bereich 1 weist die als Rohr ausgebildete Waschgutzuführung 52, in der der Multithermofühler 29 durch ein Dreibein 28 fixiert ist.
10 Der dritte Bereich 3 weist eine Aufschmelzvorrichtung 54 auf, in der eine Produktkreislaufrückführungs-Schmelze einmündet und eine Produktkreislaufrückführungs-Suspension abgeht.

15 In Figur 2 wird ein in einem Reaktor mit einer ggf. zwischengeschalteten Quenchvorrichtung erzeugter Feed über eine Feed-Zuleitung 55 einem Kristall erzeuger 13 zugeführt, in dem das Waschgut als Kristallsuspension erzeugt wird. Über einen Kristallüberlauf 48 wird die Kristallsuspension in einen Verweilzeitbehälter 49 überführt und über einen Verweilzeitbehälterüberlauf 50 einer Fördereinrichtung 51 für Waschgut/Suspension zugeleitet. Über eine Waschgutzuführung 52 gelangt die Kristallsuspension entlang des Filters 7 in die Waschkolonne
20 53 und über den Strömungswiderstand 6 in die Aufschmelzvorrichtung 54 an die sich die Produktkreislaufrückführungs-Suspension 15 anschließt, die in einen Wärmetauscher 17 mündet und über eine Produktkreislaufpumpe 18 eine Rückführung über die Produktkreislaufrückführungs-Schmelze 19 in die Aufschmelzvorrichtung 54 oder über die Produktstromrückführung 26 in den Strömungswiderstand 6 erfolgt. Die Menge des zurückgeführten Zielproduktes wird über ein
25 den Produktauslass regelndes Druckventil 20 bestimmt. Das Druckventil 20 wird über das Multithermoelement 30 mittels Mehrpunktregelung angesteuert, um

durch Variation der Menge des zurückgehaltenen und damit zurückgeführten Zielprodukts die Höhe der Waschfront in der Waschkolonne zu regeln. Das aufgereinigte Zielprodukt verlässt die Reinigungsvorrichtung über einen Reinproduktauslass 21. An den Reinproduktauslass 21 kann sich eine erneute Reinigungsvorrichtung anschließen, wobei das den Reinproduktauslass 21 verlassende Reinprodukt zunächst wieder in einen weiteren Kristallerzeuger, an den sich die weiteren Bestandteile der in Figur 2 dargestellten Reinigungsvorrichtung anschließen oder zumindest teilweise in den ursprünglichen Kristallerzeuger 13 zurückgeführt werden, oder beides. Ein Teil des Filtrats 22 kann über eine erste Filtratrückführung 23, betrieben über eine Filtratrückförpumppe 24 durch eine zweite Filtratrückführung 25 dem Waschgut durch Zuleitung in den Verweilzeitbehälterüberlauf 50 zugeführt werden. Bezüglich bevorzugter Verschaltungen von mehreren erfindungsgemäßen Reinigungsvorrichtungen wird auf die WO 02/055469 Bezug genommen, die somit einen Teil der Offenbarung dieser Schrift bildet. Zudem kann zumindest ein Teil des Filtrats 22 gemäß der mit gestrichelter Linie gekennzeichneten Leitung der Druckseite der Fördereinrichtung 51 zugeführt werden. Weiterhin kann vor dem Produktkreislaufwärmetauscher 17 über einen Inhibitor dosierer 58 durch eine Inhibitorzuführung 16 zugeführter Inhibitor dem Zielprodukt zugeführt werden. Dieses empfiehlt sich stets dann, wenn das Zielprodukt bereits so rein ist, dass es auf Grund seiner Reaktivität zu unerwünschten und spontanen Reaktionen neigt. Weiterhin kann das Aufschmelzen der das Zielprodukt beinhaltenden Kristalle durch Bewegen einer Zielprodukt beinhaltenden Schmelze in dem durch die Bezugsziffern 15, 17, 18 und 19 gebildeten Kreislauf erfolgen.

Figur 3 zeigt einen als Prallplatte ausgebildeten Strömungswiderstand 6. Diese Prallplatte weist in der Darstellungsebene zwei Öffnungen 10 auf, wobei in dem Zweiten Bereich 2 zugewandter A-Querschnitt 11 dieser Öffnungen 10 größer ist als ein dem Dritten Bereich 3 zugewandter B-Querschnitt 12. Ausgehend von dem Zweiten Bereich 2 betrachtet, besitzt die Öffnung 10 zunächst eine konische Boh-

5 rung 57 mit dem A-Querschnitt 11 an dem einem Ende und dem B-Querschnitt 12
an dem anderen Ende. An den B-Querschnitt 12 der konischen Bohrung 57
schließt sich eine Parallelbohrung 56 mit dem B-Querschnitt 12 an. Die Kristalle
59 des Kristallbetts 32 bewegen sich entlang der Richtung der geraden Pfeile
10 durch die Öffnungen 10. Entgegengesetzt dazu fließt die Waschflüssigkeit 33 in
der Richtung der geschlängelten Pfeile. Der als Prallplatte 6 ausgebildete Strömungswiderstand weist zu dessen Beheizung einen Temperiermedium-eintritt 34
und ein Temperiermedium-austritt 35 auf. Weiterhin gelangen über die Produktstromrückführung 26 Produkte in die Öffnungen 10 und auf die dem Zweiten Bereich 2 zugewandten Seite des als Prallplatte ausgebildeten Strömungswiderstands
6. Durch die Bohrung 31 wird die über die Produktstromrückführung 21 in den Strömungswiderstand 6 rückgeführte Zielprodukt enthaltende Schmelze zum Waschen der Kristalle 59 diesen zugeführt. Außerdem kann durch die Bohrung 31 das Multithermoelement 30 geführt werden.

15
Figur 4 zeigt einen als Gitter ausgebildeten Strömungswiderstand 6, wobei die Öffnungen 10 durch die Streben 36 gebildet werden. Über eine Beheizeinrichtung 38 ist das Gitter 37 beheizbar. Bezüglich der weiteren Bezugszeichen wird auf die Ausführungen zu den vorhergehenden Figuren verwiesen.

20
Figur 5 zeigt einen Strömungswiderstand 6 mit in ihrem Querschnitt variierbaren Öffnungen 10, aufweisend eine feste untere Lochplatte 39 und eine gegenüber der unteren Lochplatte 39 drehbewegliche Lochplatte 42, die über einen Ringmagnet 44 mit einer Antriebsspule 45 um eine Multithermofühlerführung 46 bewegbar ist.
25 Bezüglich der weiteren Bezugszeichen wird auf die Ausführungen zu den vorhergehenden Figuren verwiesen.

Fig. 6 zeigt einen Strömungswiderstand 6 in Aufsicht. Dieser Strömungswiderstand 6 weist mehrere Bohrungen 10 auf, die jeweils eine konvex ausgestaltete

konische Bohrung 57 besitzt. Weiterhin weist dieser Ausschnitt des Strömungs-
widerstands 6 eine Bohrung 31 auf.

Fig. 7 zeigt einen Querschnitt entlang der Achse I/I' des in Fig. 6 abgebildeten
5 Ausschnitts eines Strömungswiderstandes 6. Dieser Strömungswiderstand 6 weist
Öffnungen 10 und 31 auf. Die Öffnung 10 wird aus einer konvexen Bohrung 60
und einer Parallelbohrung 56 gebildet, die im wesentlichen rechtwinklig zu der
Oberfläche des Ausschnitts des Strömungswiderstands 6 ausgebildet sind.

10

Weiterhin wird die Erfindung nachfolgend durch nicht limitierende Beispiele näher
erläutert.

15 BEISPIELE

Beispiel 1 (Wasseraufreinigung)

In einer Vorrichtung nach Fig. 2 mit einem 100-Liter-Kühlscheibenkristaller der
20 Firma GMF-Gouda B.V. als Kristallerzeuger 13 wurde eine 10 Gew.-%-ige Essigsäure-Wasser-Mischung in den Kristaller vorgelegt. Kristallisationswärme
wurde über die Kühlflächen des Kühlscheibenkristallers abgeführt. Die Gleichgewichtstemperatur der eingesetzten Mischung betrug 3,5°C. Die bei der Kristallisation erzeugte Suspension (Suspensionsdichte ca. 30 Gew.-% entsprechend einer
25 Kristallisationstemperatur von minus 3,5°C) wurde über den Verweilzeitbehälter 49 einer Waschvorrichtung gemäß Fig. 1 (Innendurchmesser 82 mm, Länge 550 mm) beinhalten einen konischen Filter 7 (Filtermaterial 1.4571 mit 250 µm Maschenweite, unterer Durchmesser 27,7 mm, oberer Durchmesser 80,5 mm und einem Strömungswiderstand nach Fig. 3 (Höhe 60 mm mit 9 Durchgangsbohrun-

gen á 14 mm) kontinuierlich mit einer Exenterschneckenpumpe (150 Liter/Stunde max. Förderleistung) der Firma Netzsch GmbH zugeführt.

5 Zur Erzeugung der Gegenstromwäsche wurde über den reinen Produktauslaß 21 ca. 20 Gew.-% des Gesamtvolumenstroms abgenommen, so dass ein Teil der Kristalle des nach oben wandernden Kristallbetts nach dem Aufschmelzen wieder durch das Kristallbett herabströmte. Auf diese Weise konnte am Kopf der Waschkolonnen die Konzentration der Essigsäure auf 2,8 Gew.-% reduziert werden.

10 Beispiel 2

In einer Vorrichtung nach Fig. 2 mit einem 100-Liter-Kühlscheibenkristaller (GMF-Gouda B.V.) wurde ein Acrylsäure-Gemisch der in Tabelle 1 aufgeführten Zusammensetzung vorgelegt:

15

Tabelle 1

Name		Feed
Wasser	%	8,0
Essigsäure	%	0,052
Furfural	%	0,006
Benzaldehyd	%	0,007
Acrolein	%	>0,0001
Propionsäure	%	0,028
Protoanemonin	%	0,006
Acrylsäure	%	91,625
MEHQ	%	0,016
HQ	%	0,017
PZ	%	0,036
D-Acrylsäure	%	0,227
MSA	%	0,030
Sonstige	%	0,059

MEHQ
HQ
PZ
D-Acrylsäure
MSA

Methyl-ethyl-hydrochinon
Hydrochinon
Phenothiazin
Dimere Acrylsäure
Maleinsäureanhydrid

5

- 10 Die Kristallisationswärme wurde über die Kühlflächen des Köhlscheibenkristall-
lers abgeführt. Die Gleichgewichtstemperatur des eingesetzten Gemisches betrug
5°C. Die bei der Kristallisation erzeugte Suspension (Suspensionsdichte ca. 20
Gew.-% entsprechend einer Kristallisationstemperatur von 2°C) wurde über den
Verweilzeitbehälter der Waschkolonne nach Fig. 1 (Innendurchmesser 82 mm,
15 Länge 520 mm) beinhalten einen konischen Filter (Filtermaterial 1.4571 mit 250
µm Maschenweite, unterer Durchmesser 27,7 mm, oberer Durchmesser 80,5 mm)

und einen Strömungswiderstand nach Fig. 4 (Drahtstrebenstärke 0,5 mm, Maschenweite 1,5 mm) kontinuierlich mit einer Exenterschneckenpumpe (300 Liter/Stunde max. Förderleistung) der Firma Netzsch GmbH zugeführt.

- 5 Zur Erzeugung der Gegenstromwäsche wurde der Reinproduktauslaß 21 vollständig abgeschlossen, so dass der gesamte Teil der Kristalle des nach oben wandernden Kristallbetts nach dem Aufschmelzen wieder durch das Kristallbett herabströmte. Auf diese Weise wurde nach 24 Stunden am Kopf der Waschkolonne eine reine Acrylsäure mit einer Zusammensetzung nach Tabelle 2 erhalten.

10

Tabelle 2

Name		Produkt
Wasser	%	1,37
Essigsäure	%	0,013
Furfural	%	<0,0001
Benzaldehyd	%	0,001
Propionsäure	%	0,01
Protoanemonin	%	0,001
Acrylsäure	%	98,558
MEHQ	%	0,001
HQ	%	n.b.
PZ	%	n.b.
D-Acrylsäure	%	0,03
MSA	%	<0,001
Sonstige	%	0,009

MEHQ : Methyl-ethyl-hydrochinon
 HQ : Hydrochinon
 PZ : Phenothiazin
 D-Acrylsäure : Dimere Acrylsäure
 MSA : Maleinsäureanhydrid
 n.b. : unterhalb der Messgrenze

5

- 10 Tabelle 2 zeigt, dass die erfindungsgemäße Waschvorrichtung zur Aufreinigung von Acrylsäure zu hohen Reinheiten erfolgreich eingesetzt werden kann. Das bei dieser Aufreinigung erzielte Filtrat wies eine Zusammensetzung nach Tabelle 3 auf.

Tabelle 3

Name		Filtrat
Wasser	%	10,3
Essigsäure	%	0,06
Furfural	%	0,007
Benzaldehyd	%	0,008
Propionsäure	%	0,03
Protoanemonin	%	0,005
Acrylsäure	%	89,104
MEHQ	%	0,018
HQ	%	0,022
PZ	%	0,042
D-Acrylsäure	%	0,342
MSA	%	0,09
Sonstige	%	0,053

MEHQ : Methyl-ethyl-hydrochinon
 HQ : Hydrochinon
 PZ : Phenothiazin
 D-Acrylsäure : Dimere Acrylsäure
 MSA : Maleinsäureanhydrid

5

Die Konzentrationsangaben wurden mittels Gaschromatografie bestimmt. Was-
 10 serkonzentrationen wurden nach ASTM D 1364 und die Inhibitor Konzentratio-
 nen nach ASTM D 3125 bestimmt.

Das Beispiel 2 zeigt eine erhebliche Aufreinigung durch eine im erfindungsgemä-
 ßen Verfahren eingesetzte erfindungsgemäße Vorrichtung. Der Vergleich der Ta-
 15 bellen 1 und 2 zeigt, dass außer dem Zielprodukt Acrylsäure alle weiteren Verun-
 reinigungen abgereichert werden konnten.

PATENTANSPRÜCHE

1. Waschvorrichtung, aufweisend
- einen Ersten Bereich (1), dem ein Waschgut (4) zugeführt wird,
 - 5 - einen Zweiten Bereich (2), in dem das Waschgut (4) gewaschen wird, und
 - einen Dritten Bereich (3), in dem das Waschgut (4) aufgeschmolzen wird, sowie
 - 10 - einen Strömungswiderstand (6), der zwischen dem Zweiten Bereich (2) und dem Dritten Bereich (3) vorgesehen ist.
2. Waschvorrichtung nach Anspruch 1, wobei der Strömungswiderstand um eine zentrale Längsachse (5) des Zweiten Bereichs (2) drehfest vorgesehen ist.
- 15
3. Waschvorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, wobei zwischen dem Ersten Bereich (1) und dem Zweiten Bereich (2) eine Fest/Flüssig-Trennvorrichtung, vorzugsweise ein Filter (7), mit einer Filtratableitung (8) vorgesehen ist.
- 20
4. Waschvorrichtung nach Anspruch 3, wobei die Fest/Flüssig-Trennvorrichtung als ein Filter (7) in einer an dem Zweiten Bereich (2) anschließenden Wandung (9) ausgebildet ist.

5. Waschvorrichtung nach Anspruch 4, wobei der die Wandung (9) mit einem Winkel α im Bereich von >0 und $<90^\circ$, bezogen auf die zentrale Längsachse (5) angeordnet ist.
- 5 6. Waschvorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Strömungswiderstand (6) mindestens eine Öffnung (10) aufweist.
- 10 7. Waschvorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei der Strömungswiderstand (6) durch eine relative freie Querschnittsfläche im Bereich von >0 bis $<100\%$, bezogen auf die Gesamtfläche des Strömungswiderstands, gekennzeichnet ist.
8. Waschvorrichtung nach Anspruch 7, wobei die freie Querschnittsfläche variierbar ist.
- 15 9. Waschvorrichtung nach einem der Ansprüche 7 oder 8, wobei ein dem Zweiten Bereich (2) zugewandter A-Querschnitt (11) der Öffnung (10) größer ist, als ein dem Dritten Bereich (3) zugewandte B-Querschnitt (12).
- 20 10. Reinigungsvorrichtung, aufweisend
einen mit dem Ersten Bereich (1) der in einem der vorstehenden Ansprüche definierten Waschvorrichtung kristallleitend verbundenen Kristallerzeuger (13).

11. Reinigungsvorrichtung nach Anspruch 10, wobei zwischen dem Kristallerzeuger (13) und der Waschanlage ein Verweilzeitbehälter (49) vorgesehen ist.
- 5 12. Syntheseeinrichtung, aufweisend eine Syntheseeinrichtung (14), und stromab eine nach Anspruch 10 oder 11 definierte Reinigungsvorrichtung.
- 10 13. Verfahren zur Aufreinigung von einem Waschgut, wobei das Waschgut über den Ersten Bereich (1) einer in einem der Ansprüche 1 bis 9 definierten Waschanlage zugeführt und ein Zielprodukt erhalten wird.
- 15 14. Verfahren nach Anspruch 13, wobei das Waschgut mindestens 20 Gew.-% des Zielproduktes beinhaltet.
- 20 15. Verwendung des nach einem Verfahren nach Anspruch 13 oder 14 erhältlichen Zielprodukts bei der Herstellung von Lebensmitteln, Polymeren, Treibstoffen, Schmiermitteln, Reinigungsmitteln, Farbstoffen oder Arzneimitteln.
- 25 16. Verwendung einer Waschanlage nach einem der Ansprüche 1 bis 9 oder einer Reinigungsvorrichtung nach Anspruch 10 oder 11 zur Aufreinigung von Zielprodukten wie Lebensmitteln, Monomere, Treibstoffe, Lösemittel; oder zur Abwasseraufarbeitung; oder zur Isomentrennung.

BEZUGSZEICHENLISTE

- | | | |
|----|----|--|
| | 1 | Erster Bereich |
| | 2 | Zweiter Bereich |
| 5 | 3 | Dritter Bereich |
| | 4 | Waschgut |
| | 5 | Zentrale Längsachse des Zweiten Bereichs |
| | 6 | Strömungswiderstand |
| | 7 | Filter |
| 10 | 8 | Filterableitung |
| | 9 | Wandung |
| | 10 | Öffnung |
| | 11 | A-Querschnitt |
| | 12 | B-Querschnitt |
| 15 | 13 | Kristallerzeuger |
| | 14 | Syntheseeinrichtung |
| | 15 | Produktkreislaufückführung-Suspension |
| | 16 | Inhibitorzuführung |
| | 17 | Produktkreislaufwärmetauscher |
| 20 | 18 | Produktkreislaufpumpe |
| | 19 | Produktkreislaufückführung-Schmelze |
| | 20 | Druckregelventil-Produktauslass |

- 21 Reinproduktauslass
- 22 Filtrat
- 23 Erste Filtratrückführung
- 24 Filtratrückführungspumpe
- 5 25 Zweite Filtratrückführung
- 26 Produktstromrückführung
- 27 Konische Lochblech mit Sieb
- 28 Dreibein
- 29 Multithermofühler
- 10 30 Multithermoelement oder Multiwiderstandsthermometer
- 31 Bohrung
- 32 Kristallbett
- 33 Waschflüssigkeit
- 34 Temperiermedium eintritt
- 15 35 Temperiermedium austritt
- 36 Streben
- 37 Gitter mit unterschiedlicher Maschenweite
- 38 Beheizungsrichtung
- 39 Untere Lochplatte
- 20 40 Öffnungen untere Lochplatte
- 41 Anfasung der Öffnung
- 42 Obere Lochplatte
- 43 Öffnungen obere Lochplatte

	44	Ringmagnet
	45	Antriebsspule
	46	Multithermofühlerführung
	47	Freie Querschnittsflächen
5	48	Kristallerüberlauf
	49	Verweilzeitbehälter
	50	Verweilzeitbehälterüberlauf
	51	Fördereinrichtung für Waschgut/Suspension
	52	Waschgütauführung
10	53	Waschkolonne
	54	Aufschmelzvorrichtung
	55	Feed-Leitung
	56	Parallelbohrung
	57	Konische Bohrung
15	58	Inhibitor dosierer
	59	Kristalle
	60	konvexe Bohrung

ZUSAMMENFASSUNG

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Waschvorrichtung, aufweisend

- einen Ersten Bereich (1), dem ein Waschgut (4) zugeführt wird,
- 5 - einen Zweiten Bereich (2), in dem das Waschgut (4) gewaschen wird, und
- einen Dritten Bereich (3), in dem das Waschgut (4) aufgeschmolzen wird, sowie
- 10 - einen Strömungswiderstand (6), der zwischen dem Zweiten Bereich (2) und dem Dritten Bereich (3) vorgesehen ist,

eine Reinigungsvorrichtung, eine Synthesevorrichtung, ein Verfahren zur Aufreinigung von einem Waschgut sowie die Verwendung einer Waschvorrichtung oder einer Reinigungsvorrichtung zur Aufreinigung und schließlich die Verwendung des durch die Aufreinigung erhaltenen Zielprodukts.

15

FIG 1

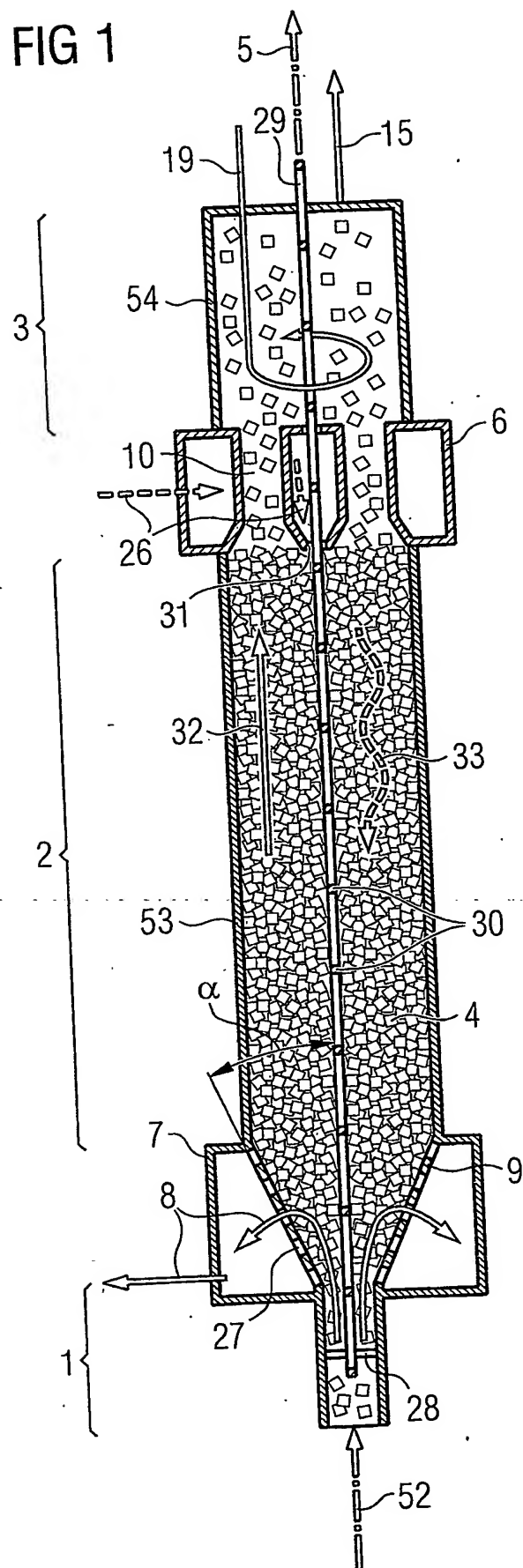


FIG 2

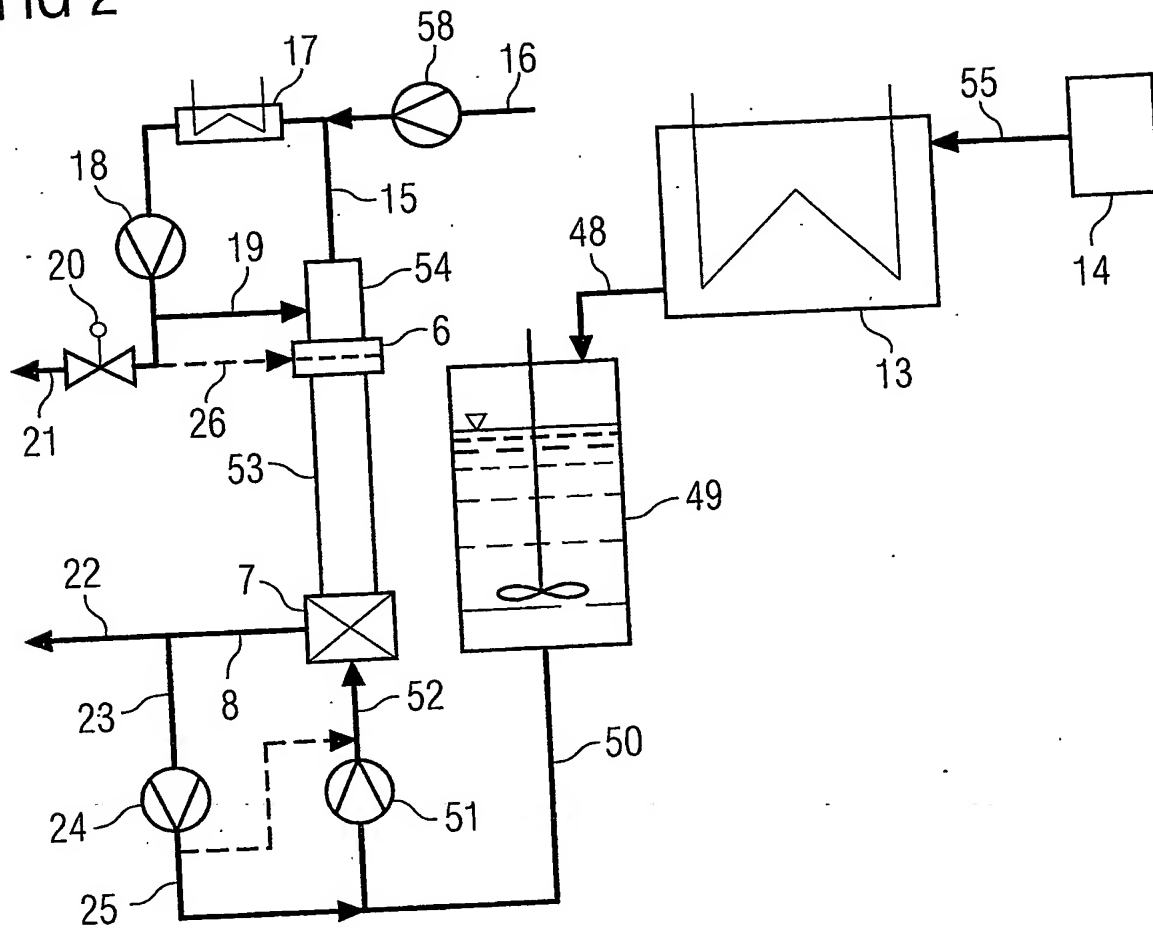


FIG 3

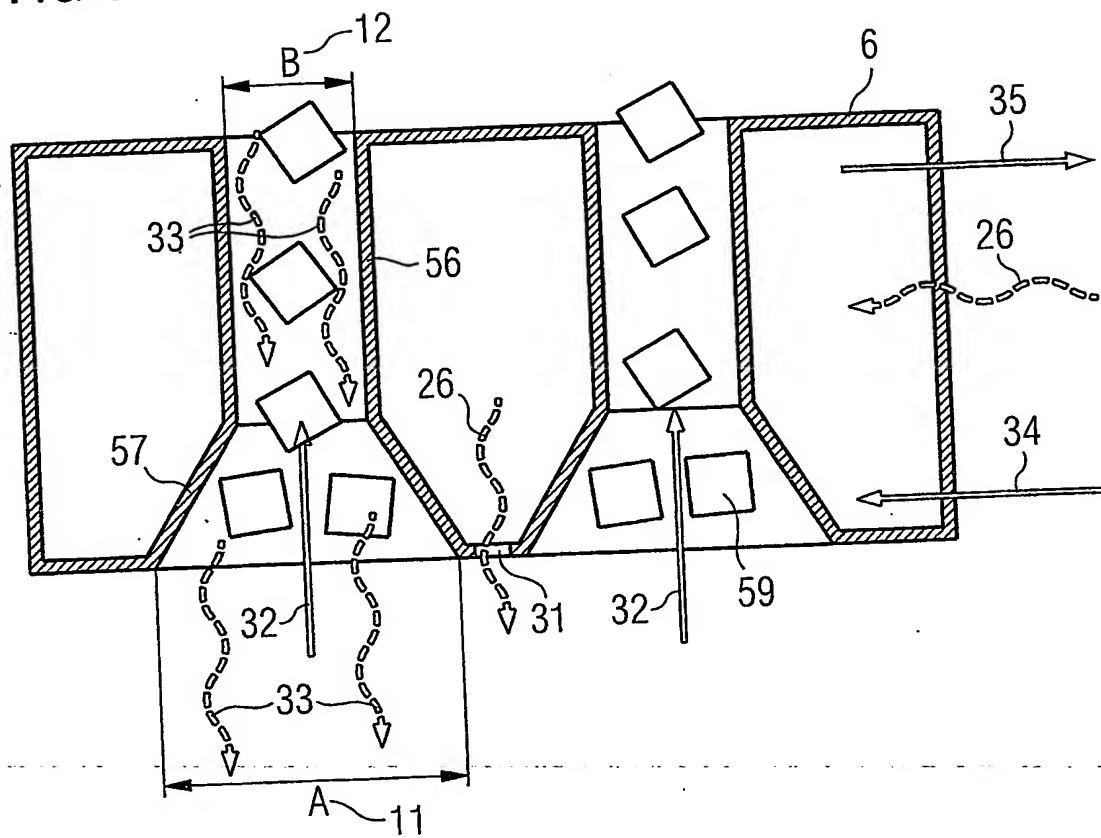


FIG 4

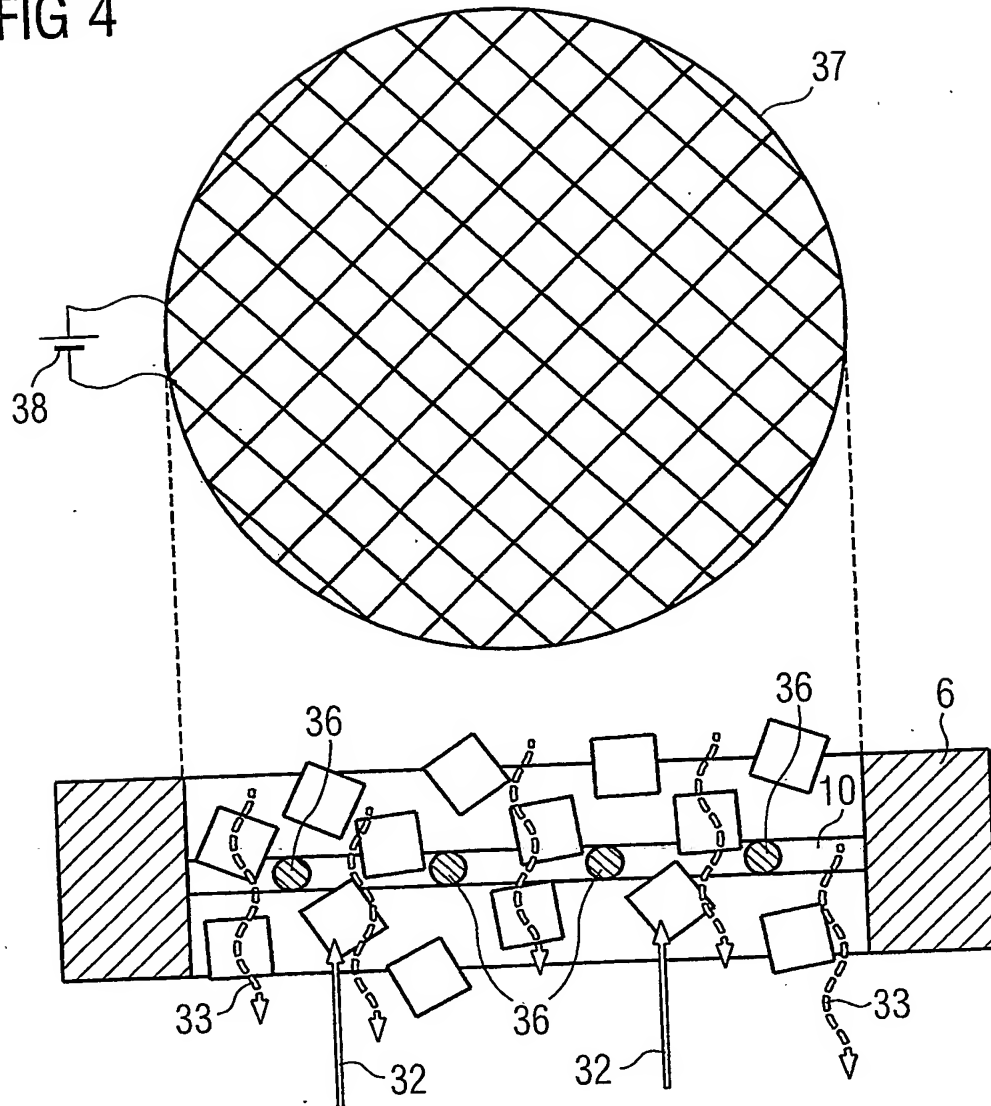


FIG 5

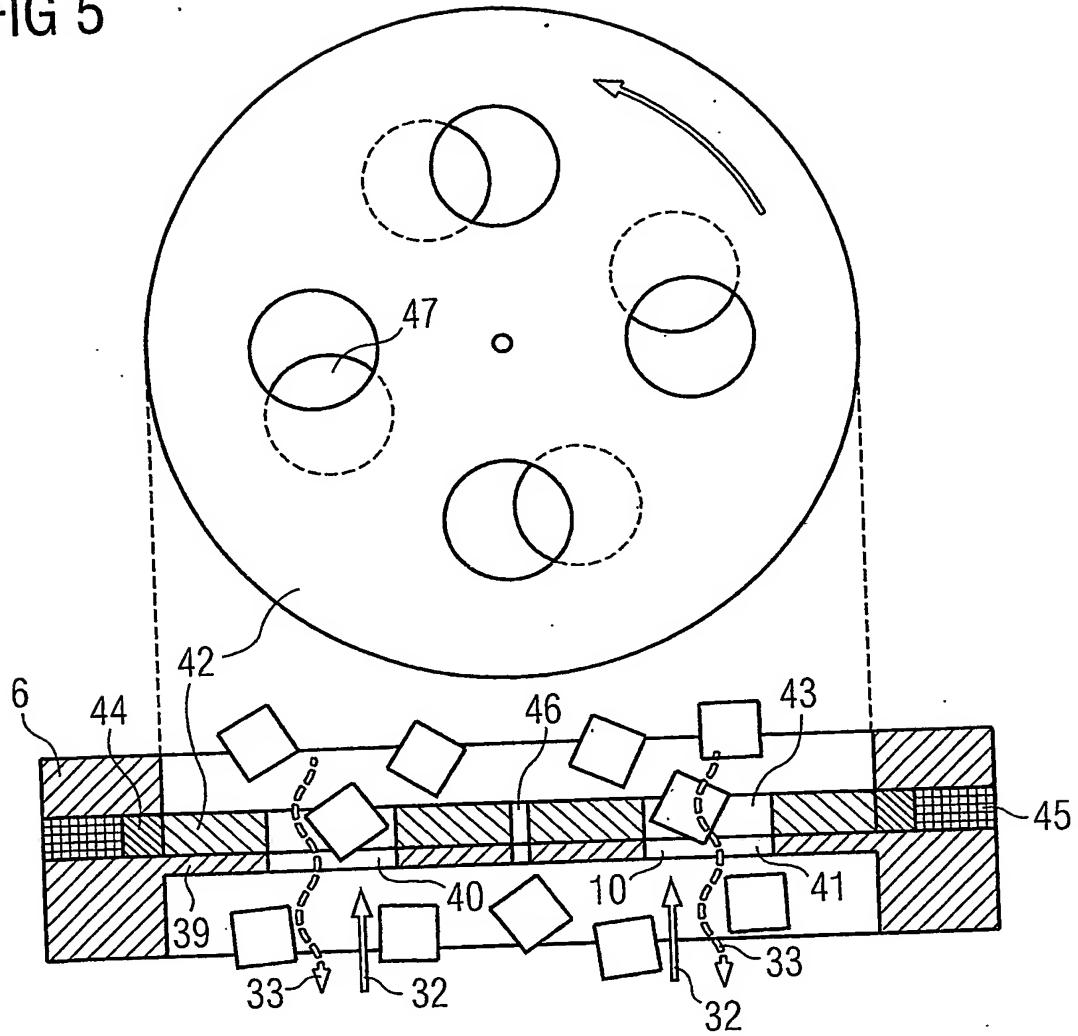


FIG 6

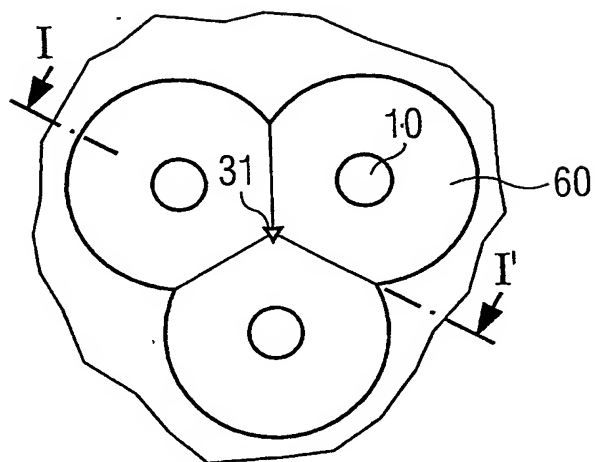
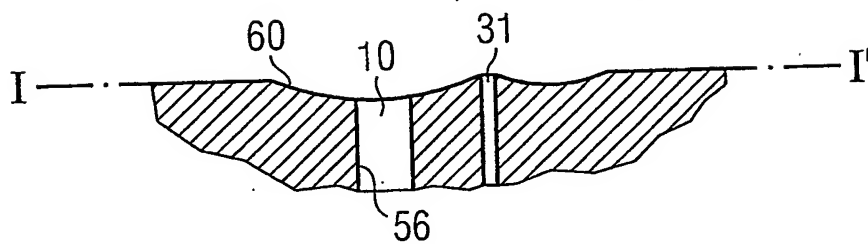


FIG 7



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.